

DOI: 10.34031/2071-7318-2023-8-6-17-25

Хорина А.В., Шелковникова Т.И.Воронежский государственный технический университет***E-mail: alla.purik@mail.ru*

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ВЫСОКОПРОЧНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ

Аннотация. В ходе проведенных исследований определены фазовые составляющие клинкерного кирпича и керамогранита методом рентгенофазового анализа. С помощью сканирующего электронного микроскопа изучены микроструктуры исследуемых образцов. Анализ фазового состава и микроструктуры черепка позволяет определить качественную и количественную характеристику форм и размеров кристаллов, рентгеноаморфной фазы, строение пористости, установить взаимосвязь между структурой и высокими физико-механическими показателями. Для получения изделий с высокой прочностью необходимо формирование монолитной структуры керамического черепка, представленной каркасом из кристаллических новообразований, соединенных рентгеноаморфной фазой. В образцах высокопрочной строительной керамики фиксируются кристаллы кварца 55–65 %, муллита 9–12 %, кристобалита 4–8 %, лейцита 4–7%, гематита 1–4 % и др. В связи с отличающимися технологиями производства клинкерного кирпича и керамогранита происходит кристаллизация муллита различного характера: в клинкере – игловидного габитуса, в керамограните – мелкодисперсного вида. Установлено, что поры имеют округлую замкнутую форму нано- и микрометрового размера от 1 до 15 мкм. Высокое содержание плавней в шихте для керамогранита обеспечивает образование большого количества аморфной фазы и омоноличивание ею кристаллических новообразований.

Ключевые слова: фазовый состав, микроструктура керамики, рентгеноаморфная фаза, кварц, муллит, лейцит

Введение. В строительном материаловедении существует проблема низкого качества керамических изделий, поскольку запасы керамического сырья истощаются, и приходится использовать доступные месторождения, не отвечающие требованиям. Качество строительных керамических материалов зависит от показателей физико-механических свойств, важнейшими из которых являются высокая механическая прочность и морозостойкость, низкое водопоглощение [1–4].

К изделиям с высокими эксплуатационными характеристиками относятся клинкерный кирпич и керамогранит [5–7]. Технологии производства клинкера и керамогранита существенно отличаются друг от друга. Клинкерный кирпич изготавливают способом пластического формования с последующей сушкой и длительным обжигом. Керамогранит – полусухим способом прессования порошка, сушкой и быстрым обжигом. В результате этих особенностей происходит формирование микроструктуры керамического черепка, влияющей на физико-механические свойства. Требования к физико-механическим свойствам высокопрочной строительной керамики согласно ГОСТ 530-2012, ГОСТ 13996-2019: средняя плотность черепка, кг/м³ – не менее 2000; предел прочности при сжатии, МПа – не менее 30; водопоглощение клинкерного кирпича, % – не более 6; водопоглощение керамогранита, % – не более 0,5; морозостойкость клинкерного

кирпича, число циклов – не менее 75; морозостойкость керамогранита, число циклов – не менее 100.

Микроструктура керамики представляет собой расположение зерен (отдельных кристаллов) и пор различного размера и формы, стекловидной межзерновой фазы. Микроструктура не является идеальной и однородной, и она непосредственно зависит от характеристик сырьевых компонентов и механизма спекания. Окончательно структура керамики формируется в процессе обжига, в ходе которого происходит спекание материала, сопровождаемое физико-химическими процессами. Спекание характеризуется образованием прочного монолита из конгломерата частиц с временной связкой, в результате которого происходит изменение объема и пористости. В керамике, преимущественно, происходит спекание с участием жидкой фазы, протекающее в три стадии. На первой происходит образование жидкой фазы, сближение частиц и уплотнение системы. На второй – растворение твердой фазы и кристаллизация из расплава твердых фаз. Сначала растворяются зоны контакта зерен, их центры сближаются, и происходит усадка керамического черепка. На третьей стадии – завершение перекристаллизации и формирование плотной структуры изделия. Спекание всегда включает в себя как уплотнение, так и рост зерен, причем на начальной стадии происходит закругление угловых, выпуклых поверхностей частиц. После этого соседние частицы, контактирующие друг с

другом, связываются между собой за счет поверхностной диффузии или процессов испарения-конденсации [8].

Данные исследований химического состава авторов [9] показали, что область оптимальных составов масс для формирования плотноспекшейся структуры клинкерного кирпича отвечает следующему содержанию составляющих оксидов, %: SiO_2 – 63–67, Al_2O_3 – 15–17, сумма оксидов щелочных и щелочноземельных металлов ($\text{RO} + \text{R}_2\text{O}$) – 5,5–6,5, сумма $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ – 5,2–7,1. Авторы [9] установили, что соотношение оксидов $(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{RO}(\text{CaO} + \text{MgO}) + \text{R}_2\text{O}(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}) + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2)$ для оптимальной области составов равно 6,0–6,1. По данным рентгенофазового анализа авторами [9] установлено, что при температуре обжига 1120 °С происходит формирование кристаллических фаз муллита, анортита, α -кварца, значительного количества стекловидной фазы, образующейся в результате плавления соединений кремнезема, щелочных и щелочноземельных металлов. Структура образцов керамического черепка характеризуется наличием пор небольшого размера, составляющего от 20 до 80 мкм, образованных вследствие выгорания органических примесей и разложения карбонатсодержащих составляющих, а также перехода в расплав зерен полевых шпатов. Микроструктура образцов представлена различными кристаллическими образованиями с четко различающимися зёрнами кварца разной дисперсности, а также оплавленными зёрнами полевых шпатов [9].

В глинах с высоким содержанием Al_2O_3 при температуре обжига до 1200 °С происходит формирование 38 % муллита и 24 % рентгеноаморфной фазы, из которых, по мнению авторов [4], возможен выпуск высококачественных керамических изделий. Авторы [3] отмечают, что повышенное содержание оксида кальция в сырьевой шихте способствует образованию анортита и волластонита, которые повышают механическую прочность керамического черепка. Исследование структуры долговечного керамического кирпича показывает формирование первичного муллита в виде мелких кристаллов с несовершенной кристаллической структурой игольчатого и короткопризматического вида при температуре обжига 1050 °С [3]. По результатам авторов [2] в образцах керамогранита, обожженных при температуре 1155–1200 °С, образуются кристаллические фазы β -кварца, β -кристобалита, муллита и рентгеноаморфная фаза. Повышенная прочность отмечалась у керамического черепка следующего состава: кристаллические фазы 20 %, метакаолинит 20 %, стеклофаза 60 % [2]. Похожий

фазовый состав керамогранита представлен в работе [10], характеризующийся в основном стеклофазой, кристаллами кварца, муллита, в незначительных количествах альбитом.

Изучение керамических материалов посредством установления минералогического состава и структуры высокопрочной керамики может быть актуальным.

Целью данного исследования является анализ фазового состава и микроструктуры керамического черепка высокопрочной керамики, выявление связи высоких эксплуатационных характеристик с составом и структурой черепка. В качестве объектов анализа были выбраны клинкерный керамический кирпич и керамогранит, поскольку они являются представителями высокопрочных и долговечных изделий.

Материалы и методы. Экспериментальные исследования проводились при использовании оборудования Центра коллективного пользования им. профессора Ю.М. Борисова Воронежского государственного технического университета. Фазовый состав образцов клинкерного кирпича и керамогранита определяли методом порошковой рентгеновской дифракции (дифрактометр ARL X'TRA с медной рентгеновской трубкой). Исследование структуры и элементного состава образцов определяли с помощью сканирующего электронного микроскопа Phenom Pro (G6, XL).

Основная часть. Важные эксплуатационные характеристики строительной керамики зависят от микроструктуры, поэтому крайне важно контролировать все этапы, влияющие на формирование структурных особенностей. Микроструктурой можно управлять путем оптимизации каждого из этапов процесса изготовления:

- 1) тщательный выбор сырья, особенно с учетом химической чистоты, размера и формы частиц;
- 2) выбор соответствующей технологии формования с оптимальными параметрами;
- 3) оптимизация температурно-временного режима и атмосферы печи во время спекания [8].

Идентификация и количественное определение кристаллических фаз с помощью рентгеновского излучения на различных стадиях процесса является ключевой задачей управления технологическими процессами в керамической промышленности. Например, характеристика минералогического состава природного сырья (глин, каолинов, полевых шпатов и т.д.) имеет большое значение, поскольку это существенно влияет на реакции во время спекания и, следовательно, на микроструктуру и свойства конечного изделия. Кристаллический состав также напрямую влияет

на механические и функциональные свойства строительной керамики [8].

Методом рентгенофазового анализа нами ранее в статье [11] был определен качественный состав кристаллических новообразований в образцах клинкерного кирпича и керамогранита

(рис. 1). В табл. 1 представлены дифракционные максимумы кристаллических фаз. Клинкерный кирпич и керамогранит имеют полиминеральный состав, поэтому количественный расчет содержания фаз носит приближенный характер.

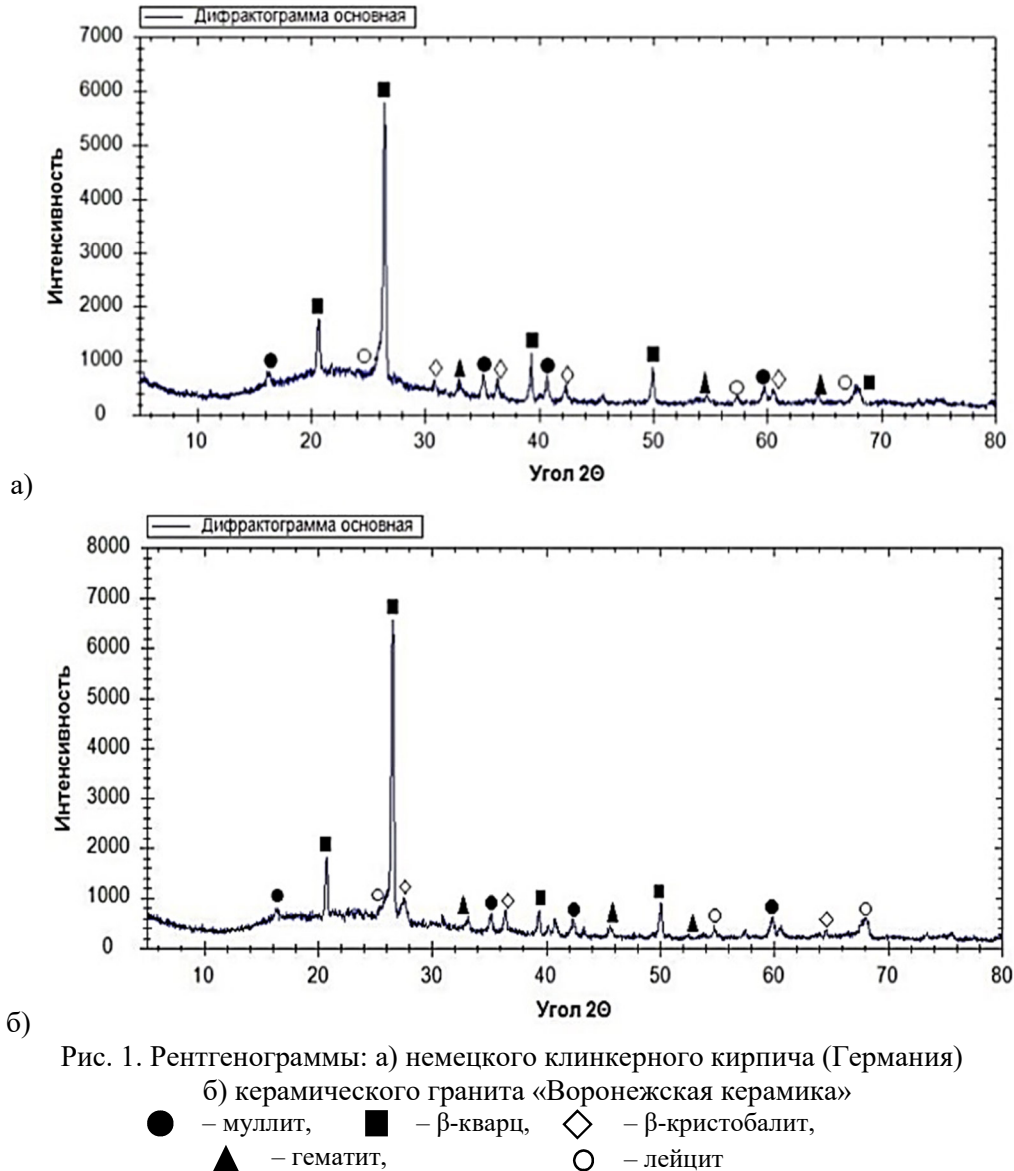


Таблица 1

Соотношение кристаллических фаз в образцах

Минерал	Межплоскостное расстояние Å	Наличие в образце, %	
		клинкер	керамогранит
Кварц (β - SiO_2)	3,34; 1,813; 1,539; 1,372	55–60	60–65
Муллит ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)	3,36; 2,687; 2,196; 1,527	10–12	9–11
β-Кристобалит	4,03; 2,481; 2,834; 1,924; 1,687	4–5	6–8
Тридимит	4,39; 4,12; 3,73; 2,49; 1,69; 1,528	3–4	1–2
Лейцит ($\text{KAl} \cdot \text{Si}_2\text{O}_6$)	3,252; 3,432; 1,659	6–7	4–5
Гематит (α - Fe_2O_3)	2,694; 2,513; 1,842; 1,692	3–4	1–3
Альбит ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Na}_2\text{O} \cdot 6\text{SiO}_2$)	3,22; 4,11; 3,78	5–6	4–5
Фаялит (Fe_2SiO_4)	2,85; 1,755; 3,707	1–3	3–5

Во время обжига пористая масса претерпевает физические изменения (уплотнение, усадку, удаление пор) и химические реакции (разложение карбонатов, дегидратация глинистого сырья, кристаллизация новообразований, образование рентгеноаморфной фазы и т.д.). Уплотнение при жидкофазном спекании происходит путем перегруппировки частиц и осаждения раствора, за которыми следует укрупнение не уплотняющихся зерен в результате созревания. При охлаждении жидкость может образовывать аморфную или кристаллическую фазу. Стеклофаза формирует непрерывную пленку, окружающую зерна, проникая в поры структуры изделия [7].

Уплотнение происходит в течение трех стадий с сопутствующими изменениями содержания пор и геометрии:

1) начальная стадия, во время которой в точках контакта между частицами растут шейки;

2) промежуточная стадия, во время которой поры приобретают цилиндрическую форму, так называемая «открытая пористость»;

3) заключительная стадия, во время которой поры становятся более сферическими и изолированными – «закрытая пористость».

На последней стадии рост зерна становится преобладающим по сравнению с уплотнением из-за уменьшения движущей силы. Более крупные зерна растут за счет более мелких. Скорость роста зерна становится преобладающей по сравнению со скоростью уплотнения на последней стадии спекания, и керамика приобретает поликристаллическую микроструктуру с дисперсией изолированных пор, расположенных на границах зерен. Поэтому для получения оптимальной микроструктуры необходим тщательный контроль температурного цикла [8].

При спекании клинкерного кирпича и керамогранита входящие в сырьевую шихту плавни образуют жидкую фазу, что приводит к увеличению усадки и способствует получению изделий с низкой пористостью и высокими физико-механическими свойствами. Так как в сырьевой шихте для производства керамогранита содержится около 40% полевых шпатов, переход кварца в тридимит или кристобалит происходит более интенсивно, чем в клинкерном кирпиче. Пониженное содержание кристобалита в клинкере 4–5 % по сравнению с керамогранитом 6–8 % также указывает на растворение кварца в расплаве, формирование стекол, а не переход в другую полиморфную модификацию [8, 12].

Высокие эксплуатационные характеристики изделий строительной керамики (клинкера и керамогранита) формируются в результате обжига при температуре более 1200 °С и кристаллизацией муллита с упорядоченной структурой

игольчатого вида. Многие авторы предполагают, что зарождение и рост муллита происходит в аморфной, богатой глиноземом кремнистой фазе, расположенной между частицами кремнезема и оксида алюминия [7]. Также формированию прочной структуры керамики способствует снижение температуры плавления массы при восстановлении Fe_2O_3 до FeO [13]. На рентгенограммах (рис. 1) отмечается образование фаялита Fe_2SiO_4 при взаимодействии FeO с SiO_2 .

Таким образом, в ходе исследования определено, что образцы высокопрочной керамики клинкерного кирпича и керамогранита имеют близкие минералогические составы: β -кварц 55–65 %, муллит 9–12 %, β -кристобалит 4–8%, лейцит 4–7 %, гематит 1–4 % и др. По полученным данным рентгенофазового анализа, содержание аморфной фазы в керамограните 15 %, в клинкерном кирпиче равно 20 %. Содержание аморфной составляющей в клинкерном кирпиче выше, чем в керамограните, возможно, из-за более высокой температуры обжига и длительной выдержки клинкера при максимальной температуре [14].

Изучение строения черепка (распределение кристаллических и аморфных фаз, пористого пространства и др.) является важным аспектом в получении керамических изделий с высокими физико-механическими свойствами. Следовательно, проведем анализ микроструктуры высокопрочной строительной керамики на примере изображений фрагментов клинкера (рис. 2) и керамогранита (рис. 3), полученных с помощью сканирующей электронной микроскопии. Формированию прочного каркаса керамического черепка способствует плотная фиксация стеклофазой кристаллических составляющих структуры [15].

Поскольку в шихте для керамогранита содержится значительное количество легкоплавких компонентов, происходит полное смачивание структуры расплавом, соответственно получается мелкозернистая микроструктура (по П.П. Будникову). В отличие от клинкерного кирпича, в котором смачиваемость недостаточна, часть зерен твердой фазы, соприкасающиеся друг с другом, укрупняются из-за срастания и структура приобретает вид крупнозернистой. Жидкофазное спекание является эффективным средством для уплотнения крупнозернистых материалов (10 мкм или более) [7].

Обжиг клинкерного кирпича происходит при медленном подъеме температуры в течение длительного периода времени, что способствует предварительному измельчению зерен, чтобы зерна равномерно распределились по размерам; затем следует вторая стадия при более высокой

температуре для завершения уплотнения. Каналы пор становятся более гладкими после предварительного огрубения и медленного обжига, возможно образование зерен меньшего размера,

что можно объяснить минимизацией дифференциального уплотнения и, как следствие, задержкой закрытия порового канала для достижения более высокой плотности [8].

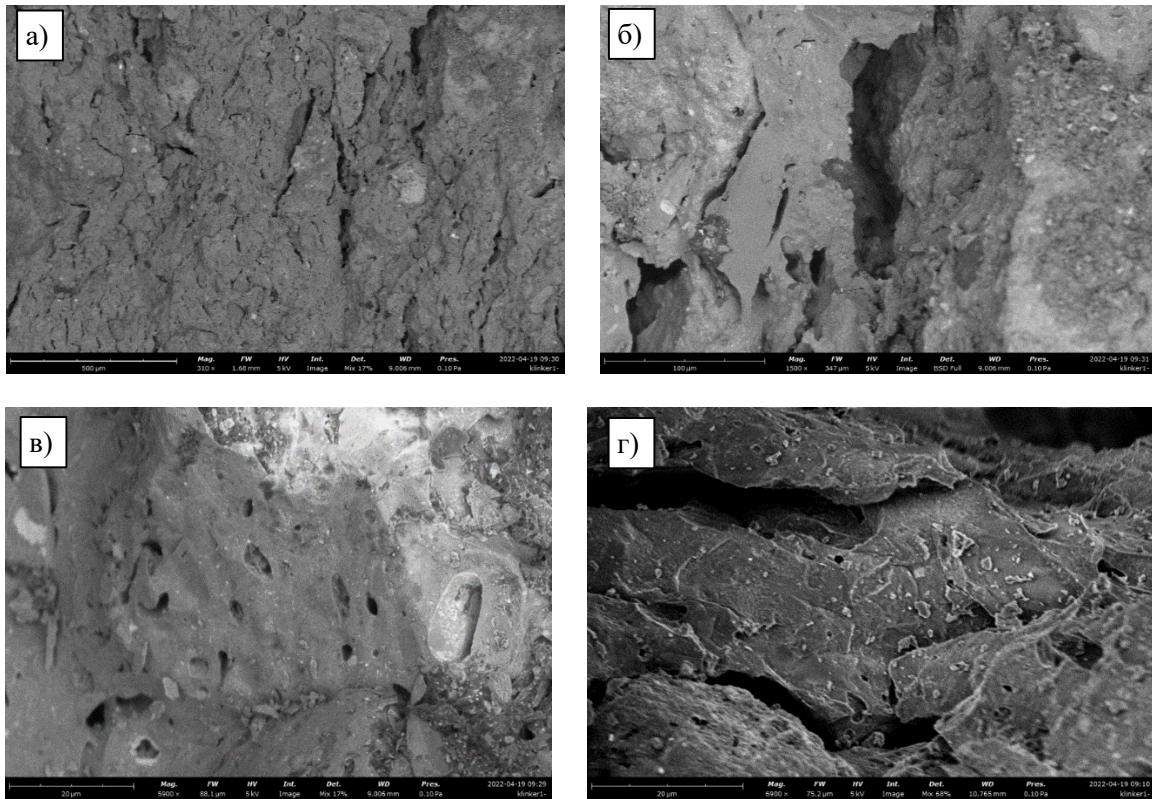


Рис. 2. Микрофотографии немецкого клинкерного кирпича: увеличение $\times 310$ (а), $\times 1500$ (б), $\times 5900$ (в), $\times 6900$ (г)

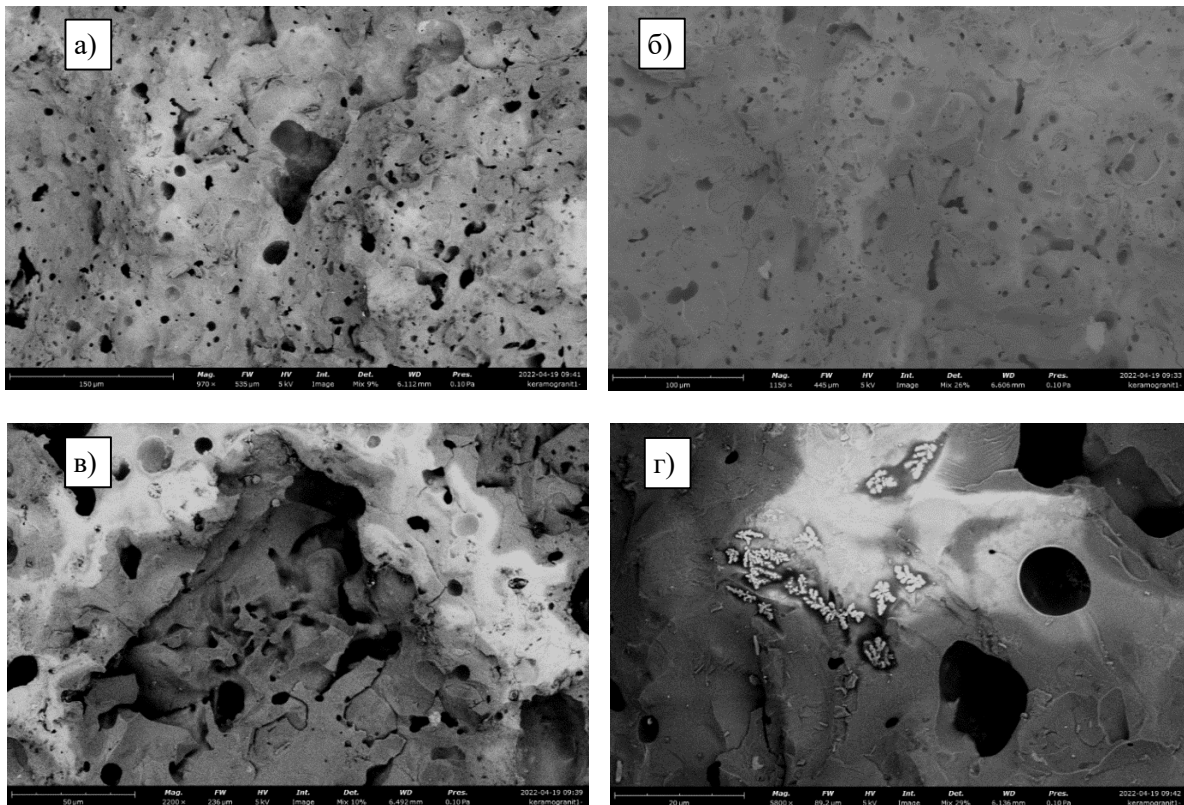


Рис. 3. Микрофотографии керамогранита: увеличение $\times 970$ (а), $\times 1150$ (б), $\times 2200$ (в), $\times 5800$ (г)

На микрофотографиях клинкера и керамогранита зерна кварца имеют размер от 10 до 30 мкм (рис. 2, 3). Размер пор в клинкере от 1 до 15 мкм (рис. 2). Известно, что округлые замкнутые поры нано- и микрометрового размера не снижают прочность изделий [16]. Как степенью пористости, так и размерами пор в пористом черепке можно управлять, изменяя начальный размер частиц, плотность сырья, добавки для спекания и условия спекания во время обжига, чтобы получить различные степени уплотнения [8]. Размер частиц также влияет на температуру и скорость спекания. Шихтовые массы с более тонким размером зерен достигают такой же плотности при более низких температурах по сравнению с крупнозернистыми [7].

При спекании керамики нагревание вызывает образование высоковязкой кремнистой жидкой фазы. Жидкость способствует растворению твердых частиц и последующему осаждению первичных кристаллов муллита с игольчатой морфологией [7]. При температуре обжига керамической массы выше 1200°C происходит фиксация муллитовых игл, улучшая физико-механические свойства изделий [17]. По данным анализа микроструктуры в клинкере кристаллизуется муллит игловидного габитуса размером 0,7–1,5 мкм (рис. 2).

Следует отметить, что наиболее важным параметром, влияющим на уплотнение и рост зерен, являются характеристики порошка и, в частности, гранулометрический состав. Таким образом, узкое распределение зерен по размерам предпочтительно для получения высокой плотности [8]. Для повышения производительности при высоких температурах количество аморфной фазы должно быть сведено к минимуму, если при охлаждении она становится стекловидной. В качестве альтернативы, возможен ввод некоторых добавок для спекания, предназначенных для преобразования стеклофазы в кристаллические фазы, которые сопротивляются деформации [7].

В процессе обжига керамической шихты формируется многокомпонентный минеральный состав керамогранита (табл. 1) [10]. Спекание керамогранита происходит по методу «быстрого обжига», заключается в быстром введении сырья в горячую зону печи таким образом, чтобы изделия очень быстро достигли высоких температур, при которых энергия активации уплотнения, выше, чем энергия активации роста зерна [8]. Таким образом, быстрый обжиг позволяет порошковой массе за короткое время достигать температур выше промежуточной температуры, что сводит к минимуму укрупнение зерна при нагревании. В микроструктуре керамогранита в ре-

зультате плавления полевошпатовых составляющих стеклофаза проникает в поры и оплавляет глинистые компоненты (рис. 3). Поры нано- и микрометрового размера равномерно расположены. По данным рентгенофазового анализа (табл. 1) содержание муллита в керамограните достигает 9–11 %. Микроструктура керамогранита представлена рентгеноаморфной фазой, в которой расположены кристаллики муллита типа шагрени величиной от 100 нм до 1 мкм.

По данным рентгенофазового анализа (табл. 1) и электронной сканирующей микроскопии (рис. 1–3) в структуре высокопрочной строительной керамики отмечается кристаллизация зерен лейцита размером 2–7 мкм, расположенных в форме нитей бусин в стеклофазе. Кристаллы лейцита улучшают трещиностойкость, армируя аморфную фазу [8, 18, 19]. Повышение прочности керамики, армированной лейцитом, объясняется хорошей дисперсностью мелких кристаллов лейцита, а также касательными сжимающими напряжениями, которые возникают вокруг кристаллов при охлаждении из-за разницы в коэффициенте теплового расширения между кристаллами лейцита и стекловидной матрицей. Таким образом, отклонение трещин становится активным механизмом упрочнения, повышающим вязкость и прочность [8]. Размер зерен в керамике с жидкофазным спеканием почти на порядок больше, чем в керамическом черепке, полученным по твердофазному механизму из-за повышенного укрупнения частиц [7].

Таким образом, микроструктура клинкерного кирпича представлена кристаллическими компонентами (кварцевые составляющие, муллит, гематит, лейцит и альбит), соединенными рентгеноаморфной фазой. Напротив, в керамограните наблюдается монолитная структура в виде стекловидной фазы, в которой расположены кристаллические элементы и поры. В клинкерном черепке кристаллы муллита имеют игловидный габитус, в отличие от мелкодисперсного в керамограните.

Выводы

1. Высокопрочная строительная керамика представлена монолитной структурой, клинкерный кирпич – кристаллическим скелетом, соединенным стеклофазой, керамогранит – аморфной массой с вкраплениями кристаллических фаз.

2. В процессе проведенных исследований установлено, что образцы высокопрочной керамики клинкерного кирпича и керамогранита имеют близкие минералогические составы: β -кварц 55–65 %, муллит 9–12 %, β -кristобалит 4–8 %, лейцит 4–7 %, гематит 1–4 % и др. В микроструктуре керамического черепка клинкера и керамогранита дифференцируются кристаллы

муллита 0,1–1,5 мкм, лейцита в форме «кораллов» или нитей бусин размером 2–7 мкм.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Салахов А.М., Морозов В.П., Тагиров Л.Р., Салахова Р.А., Лядов Н.М., Болтакова Н.В. Высокопрочная керамика из легкоплавких глин // Георесурсы. 2012. №6 (48). С. 9–12.
2. Зубехин А.П., Верченко А.В., Яценко Н.Д. Зависимость прочности керамогранита от фазового состава // Строительные материалы. 2014. №8. С. 30–33. http://rifsm.ru/u/f/sm_08_14_fin.pdf
3. Абдрахимов В.З., Абдрахимова Е.С. Взаимосвязь фазового состава и долговечности керамического кирпича возрастом более восьмисот лет на примере Казанского Кремля // Стекло и керамика. 2015. №2. С. 34–38.
4. Салахов А.М., Тагиров Л.Р. Структурообразование керамики из глин, формирующих при обжиге различные минеральные фазы // Строительные материалы. 2015. №8. С. 68–74. http://rifsm.ru/u/f/sm_08_15.pdf
5. Хоменко Е.С., Пурдик А. В. Особенности формирования микроструктуры клинкерной керамики // Стекло и керамика. 2017. Том 90. №2. С. 15–19.
6. Столбоушкин А.Ю. Метод комплексного исследования переходного слоя ядро–оболочка в керамических матричных композитах полусухого прессования // Строительные материалы. 2019. №9. С. 28–35. <https://doi.org/10.31659/0585-430X-2019-774-9-28-35>
7. Shackelford J., Doremus R. Ceramic and Glass Materials. Structure, Properties and Processing. Springer Science & Business Media, 2008. 201 p.
8. Pomeroy M. Encyclopedia of Materials : Technical Ceramics and Glasses. Elsevier Science, 2021. 2674 p.
9. Левицкий И.А., Хоружик О. Н. Исследование процесса спекания поликомпонентной сырьевой смеси на основе минерального сырья Республики Беларусь // Труды БГТУ. 2018. Серия 2. №2. С. 140–145.
10. Мошняков М.Г., Орлова Т.А. Исследование особенностей обжига керамического гранита из экспериментальной массы с частичной заменой импортных глин на отечественные // Известия вузов. Инвестиции. Строительство. Недвижимость. 2017. Том 7. №3. С. 95–106. DOI: 10.21285/2227-2917-2017-3-95-106
11. Хорина А.В., Шелковникова Т.И., Баранов Е.В. Оценка фазового состава керамического черепка высокопрочной строительной керамики // Вестник Инженерной школы Дальневосточного федерального университета. 2022. № 1(50). С. 73–80. DOI:10.24866/2227-6858/2022-1/73-80
12. Августиник А.И. Керамика. Изд. 2-е, перераб. и доп. Л.: Стройиздат (Ленингр. отд-ние), 1975. 592 с.
13. Яценко Н.Д., Зубехин А.П. Научные основы инновационных технологий керамического кирпича и управление его свойствами в зависимости от химико-минералогического состава сырья // Строительные материалы. 2014. №4. С. 28–31. http://rifsm.ru/u/f/fin_04_14.pdf
14. Salakhov A., Morozov V., Eskin A., Ariskina R., Ariskina K., Gumarov A., Pasyukov M. The investigation of raw materials and ceramic tiles, produced at the factory "Lasselsberger" in UFA. Revista QUID (Special Issue). 2017. Pp. 746–752.
15. Khomenko O., Sribniak N., Dushyn V., Shushkevych V. Analysis of the interaction between properties and microstructure of construction ceramics // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. 2018. (94). С. 16–25. DOI: 10.15587/1729-4061.2018.140571
16. Салахов А.М., Салахова Р.А., Ильичева О.М., Морозов В.П., Хацринов А.И., Нефедьев Е.С. Влияние структуры материалов на свойства керамики // Вестник Казанского технологического университета. 2010. №8. С. 343–49.
17. Левицкий И.А., Хоружик О.Н. Взаимосвязь свойств, фазового состава и микроструктуры клинкерного кирпича // Стекло и керамика. 2021. №5. С. 26–33.
18. Shen J., Kosmac T. Advanced ceramics for Dentistry. Butterworth-Heinemann, 2014. 416 p.
19. Höland W., Beall G. Glass-Ceramic Technology. Second edition. John Wiley & Sons Limited, 2012. 436 p.

Информация об авторах

Хорина Алла Владимировна, аспирант кафедры технологии строительных материалов, изделий и конструкций. E-mail: alla.purik@mail.ru. Воронежский государственный технический университет. Россия, 394006, Воронеж, ул. 20-летия Октября, д. 84.

Шелковникова Татьяна Иннокентьевна, кандидат технических наук, доцент кафедры технологии строительных материалов, изделий и конструкций. E-mail: tshelk@mail.ru. Воронежский государственный технический университет. Россия, 394006, Воронеж, ул. 20-летия Октября, д. 84.

Поступила 21.03.2023 г.

© Хорина А.В., Шелковникова Т.И., 2023

*Horina A.V., Shelkovnikova T.I.

Voronezh State Technical University

*E-mail: alla.purik@mail.ru

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF HIGH-STRENGTH CERAMIC PRODUCTS

Abstract. In the course of the conducted studies, the phase components of clinker bricks and porcelain stoneware are determined by X-ray phase analysis. Microstructures of the studied samples are studied using a scanning electron microscope. The analysis of the phase composition and microstructure of the shard allows determining the qualitative and quantitative characteristics of the shapes and sizes of crystals, the X-ray amorphous phase, the structure of porosity, to establish the relationship between the structure and high physical and mechanical parameters. To obtain products with high strength, it is necessary to form a monolithic structure of a ceramic shard, represented by a framework of crystalline neoplasms connected by an X-ray amorphous phase. Quartz crystals 55–65 %, mullite 9–12 %, cristobalite 4–8 %, leucite 4–7 %, hematite 1–4%, etc. are fixed in samples of high-strength building ceramics. Due to the different production technologies of clinker bricks and porcelain stoneware, the crystallization of mullite of various types occurs: in clinker – needle-shaped habit, in porcelain stoneware – finely dispersed. It is found that the pores have a rounded closed shape of nano- and micrometer size from 1 to 15 microns. The high content of melts in the charge for porcelain stoneware ensures the formation of a large amount of amorphous phase and its homologation of crystalline neoplasms.

Keywords: phase composition, microstructure of ceramics, X-ray amorphous phase, quartz, mullite, leucite

REFERENCES

- Salakhov A.M., Morozov V.P., Tagirov L.R., Salakhova R.A., Lyadov N.M., Bolshakova N.V. High-strength ceramics made of low-melting clays [Visokoprochnaya keramika iz legkoplavkih glin]. Geo resources. 2012. No. 6 (48). Pp. 9–12. (rus)
- Zubekhin A.P., Verchenko A.V., Yatsenko N.D. Dependence of the strength of porcelain stoneware on the phase composition [Zavisimost' prochnosti keramogranita ot fazovogo sostava]. Building materials. 2014. No. 8. Pp. 30–33. http://rifsm.ru/u/f/sm_08_14_fin.pdf. (rus)
- Abdrakhimov V.Z., Abdrakhimova E.S. The relationship of the phase composition and durability of ceramic bricks older than eight hundred years on the example of the Kazan Kremlin [Vzaimosvyaz' fazovogo sostava i dolgovechnosti keramicheskogo kirpicha vozrastom bolee vosmisot let na primere Kazanskogo Kremlya]. Glass and ceramics. 2015. No. 2. Pp. 34–38. (rus)
- Salakhov A.M., Tagirov L.R. Structure formation of ceramics from clays forming various mineral phases during firing [Strukturoobrazovanie keramiki iz glin, formiruyuschih pri objige razlichnie mineralnie fazi]. Building materials. 2015. No. 8. Pp. 68–74. http://rifsm.ru/u/f/sm_08_15.pdf. (rus)
- Khomenko E.S., Purdik A.V. Features of the formation of the microstructure of clinker ceramics [Osobennosti formirovaniya mikrostrukturi klinker-eranoi keramiki]. Glass and ceramics. 2017. Vol. 90. No. 2. Pp. 15–19. (rus)
- Stolboushkin A.Yu. Method of complex investigation of the core-shell transition layer in ceramic matrix composites of semi-dry pressing [Metod kompleksnogo issledovaniya perehodnogo sloya yadro-obolochka v keramicheskikh matrichnih kompozitah polusuhogo pressovaniya]. Building materials. 2019. No. 9. Pp. 28–35. DOI:10.31659/0585-430X-2019-774-9-28-35. (rus)
- Shackelford J., Doremus R. Ceramic and Glass Materials. Structure, Properties and Processing. Springer Science & Business Media, 2008. 201 pp.
- Pomeroy M. Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses. Elsevier Science, 2021. 2674 p.
- Levitsky I.A., Khoruzhik O.N. Investigation of sintering processes of a multicomponent raw material mixture based on mineral raw materials of the Republic of Belarus [Issledovanie processov spekaniya polikomponentnoi sirevoi smesi na osnove mineralnogo sirya Respubliki Belarus]. Proceedings of BSTU. 2018. Series 2. No. 2. Pp. 140–145. (rus)
- Moshnyakov M.G., Orlova T.A. Investigation of the features of firing ceramic granite from experimental mass with partial replacement of imported clays with domestic ones [Issledovanie osobennostei objiga keramicheskogo granita iz eksperimentalnoi massi s chastichnoi zamenoj importnih glin na otechestvennie]. Izvestiya vuzov. Investment. Construction. Realty. 2017. Vol. 7. No. 3. Pp. 95–106. DOI: 10.21285/2227-2917-2017-3-95-106. (rus)
- Khorina A.V., Shelkovnikova T.I., Baranov E.V. Evaluation of the phase composition of a ceramic shard of high-strength building ceramics [Ocenka fazovogo sostava keramicheskogo cherepka visokoprochnoi stroitelnoi keramiki]. Bulletin of the Engineering School of the Far Eastern

Federal University. 2022. No. 1(50). Pp. 73–80. DOI: 10.24866/2227-6858/2022-1/73-80. (rus)

12. Augustinik A.I. Ceramics [Keramika]. 2nd edition, reprint. and additional l.: Stroyizdat (Leningr. ed.), 1975. 592 p. (rus)

13. Yatsenko N.D., Zubekhin A.P. Scientific foundations of innovative technologies of ceramic bricks and management of its properties depending on the chemical and mineralogical composition of raw materials [Nauchnie osnovi innovacionnih tehnologii keramicheskogo kirpicha i upravlenie ego svoistvami v zavisimosti ot himiko-mineralogicheskogo sostava sirya]. Building materials. 2014. No. 4. Pp. 28–31. http://rifsm.ru/u/f/fin_04_14.pdf. (rus)

14. Salakhov A., Morozov V., Eskin A., Ariskina R., Ariskina K., Gumarov A., Pasyukov M. A study of raw materials and ceramic tiles produced at the Lasselsberger factory in UFA was conducted. Revista QUID (special edition). 2017. Pp. 746–752.

15. Khomenko O., Sribnyak N., Dushin V., Shushkevich V. Analysis of interaction of properties

and microstructure of building ceramics. Eastern European Journal of Corporate Technologies. 2018. 4/6(94). Pp. 16–25. DOI: 10.15587/1729-4061.2018.140571

16. Salakhov A.M., Salakhova R.A., Ilyicheva O.M., Morozov V.P., Khatsrinov A.I., Nefediev E.S. Influence of the structure of materials on the properties of ceramics [Vliyanie strukturi materialov na svoistva keramiki]. Bulletin of Kazan Technological University. 2010. No.8. Pp. 343–349. (rus)

17. Levitsky I. A., Khoruzhik O. N. Interrelation of properties, phase composition and microstructure of clinker bricks [Vzaimosvyaz svoistv, fazovogo sostava i mikrostrukturi klinkernogo kirpicha]. Glass and ceramics. 2021. No. 5. Pp. 26–33. (rus)

18. Shen J., Kosmac T. Advanced ceramics for Dentistry. Butterworth-Heinemann, 2014. 416 p.

19. Holland W., Bill G. Glass-ceramic Technology. Second edition. John Wiley & Sons Limited, 2012. 436 p.

Information about the authors

Horina, Alla V. Postgraduate student. E-mail: alla.purik@mail.ru. Voronezh State Technical University. Russia, 394006, Voronezh, st. 20-letiya Oktyabrya, 84.

Shelkovnikova, Tatiana I. PhD. E-mail: tschelk@mail.ru. Voronezh State Technical University. Russia, 394006, Voronezh, st. 20-letiya Oktyabrya, 84.

Received 21.03.2023

Для цитирования:

Хорина А.В., Шелковникова Т.И. Сравнительный анализ структуры и фазового состава высокопрочных керамических изделий // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2023. № 6. С. 17–25. DOI: 10.34031/2071-7318-2023-8-6-17-25

For citation:

Horina A.V., Shelkovnikova T.I. Comparative analysis of the structure and phase composition of high-strength ceramic products. Bulletin of BSTU named after V.G. Shukhov. 2023. No. 6. Pp. 17–25. DOI: 10.34031/2071-7318-2023-8-6-17-25